

**JP8102068**

Publication Title:

FORMATION OF METAL FILM AND EQUIPMENT THEREFOR

Abstract:

**PURPOSE:** To improve the adhesion strength of a metal film by irradiating a substrate with ultraviolet rays and thereafter forming a metal film on the substrate in a vacuum atmosphere.

**CONSTITUTION:** In this equipment, a substrate 1 consisting of a PET film is allowed to travel inside a vacuum vessel 8 evacuated to  $10^{-4}$  to  $10^{-6}$  Torr at an e.g. 5m/min traveling speed by using a traveling device 2 composed of a supply roll 2a, a can roll 3 and a wind-up roll 2b. A magnetic metal 6 consisting of Co, etc., in a crucible 5 is irradiated with the electron beam that is emitted from an electron gun 7 and has 16kW power to melt and evaporate the metal 6. Ultraviolet lamps 10 each having 300W output and has 50 to 350nm wavelengths are disposed along the traveling path of the substrate 1 on the upstream side of the can roll 3. The surface molecules of the irradiated substrate 1 with the ultraviolet rays are excited, or radicals are formed from them to improve the bonding strength between the surface of the substrate 1 and the evaporated particles of the magnetic metal 6. The angle of incidence of each of the evaporated particles of the magnetic metal 6 incident on the surface of the substrate 1 is controlled by using a shield plate 4 to form the objective magnetic metal thin film having an e.g. 1,600Å thickness.

-----  
Data supplied from the esp@cenet database - <http://ep.espacenet.com>

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-102068

(43) 公開日 平成8年(1996)4月16日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 1 1 B 5/85	Z	7303-5D		
C 2 3 C 14/02	A	8939-4K		
14/14	F	8939-4K		
14/56	A	8939-4K		

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平6-235023

(22) 出願日 平成6年(1994)9月29日

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 水野谷 博英

栃木県芳賀郡市貝町大字赤羽2606 花王株式会社情報科学研究所内

(72) 発明者 北折 典之

栃木県芳賀郡市貝町大字赤羽2606 花王株式会社情報科学研究所内

(72) 発明者 吉田 修

栃木県芳賀郡市貝町大字赤羽2606 花王株式会社情報科学研究所内

(74) 代理人 弁理士 宇高 克己

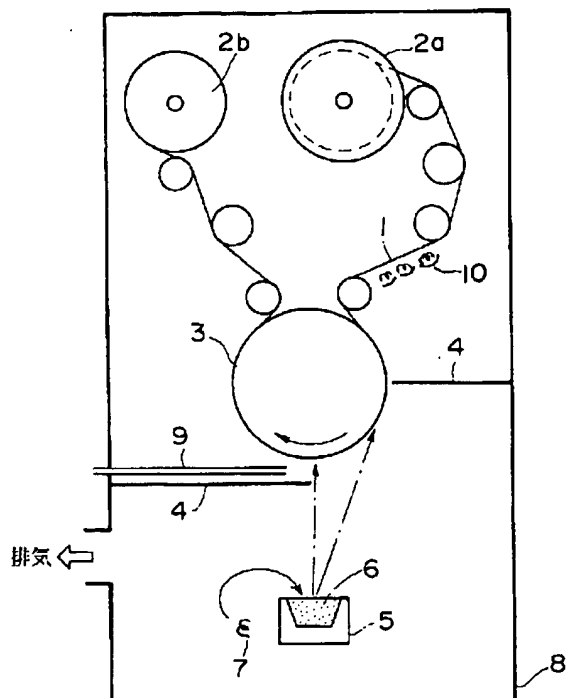
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属膜の成膜方法及びその装置

(57) 【要約】

【目的】 金属膜の密着強度が高く、かつ、金属膜が綺麗に成膜され、しかも簡単に実施できる技術を提供することである。

【構成】 樹脂製の支持体上に金属膜を成膜する方法であって、前記支持体に紫外線を照射する紫外線照射工程と、この紫外線照射工程により紫外線照射を受けた支持体上に金属粒子を堆積させる金属膜成膜工程とを具備する金属膜の成膜方法。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 樹脂製の支持体上に金属膜を成膜する方法であって、前記支持体に紫外線を照射する紫外線照射工程と、この紫外線照射工程により紫外線照射を受けた支持体上に金属粒子を堆積させる金属膜成膜工程とを具備することを特徴とする金属膜の成膜方法。

【請求項2】 紫外線照射工程が真空雰囲気下で行われ、この真空雰囲気下において金属膜成膜工程も行われることを特徴とする請求項1の金属膜の成膜方法。

【請求項3】 樹脂製の支持体上に金属膜を成膜する装置であって、前記支持体に紫外線を照射する紫外線照射手段と、この紫外線照射手段により紫外線照射を受けた支持体上に金属粒子を堆積させる金属膜成膜手段とを具備することを特徴とする金属膜の成膜装置。

【請求項4】 走行する支持体上に金属膜を成膜する装置であって、真空槽と、成膜源となる金属材料と、この金属材料を飛散させる飛散手段と、この飛散手段で飛散した金属粒子が堆積する樹脂製の支持体と、この支持体の供給手段と、支持体の巻取手段と、前記飛散した金属粒子が堆積する支持体の走行をガイドする冷却キャンロールと、この冷却キャンロールと前記供給手段との間であって、冷却キャンロールに添接されない側の支持体面を紫外線照射する紫外線照射手段とを具備してなることを特徴とする金属膜の成膜装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、例えば金属薄膜型の磁気記録媒体の製造方法及びその装置に関する。

## 【0002】

【発明の背景】磁気テープ等の磁気記録媒体においては、高密度記録化の要請から、非磁性支持体上に設けられる磁性層として、バインダ樹脂を用いた塗布型のものではなく、バインダ樹脂を用いない金属薄膜型のものが提案されている。すなわち、真空蒸着、スパッタリングあるいはイオンプレーティング等の乾式メッキ手段により磁性層を構成した磁気記録媒体が提案されている。そして、この種の磁気記録媒体は磁性体の充填密度が高いことから、高密度記録に適したものである。

【0003】このような乾式メッキ手段による磁気記録媒体の製造装置は、図2のように構成されているものが一般的である。尚、図2中、31は冷却キャンロール、32aはポリエチレンテレフタレート（PET）フィルム33の供給側ロール、32bはPETフィルム33の巻取側ロール、34は遮蔽板、35はルツボ、36は磁性金属、37は真空槽である。そして、真空槽37内を所定の真空度のものに排気した後、電子銃38を作動させてルツボ35内の磁性金属36を飛散（蒸発）させ、PETフィルム33に対して磁性金属36の蒸発粒子を堆積（蒸着）させることによって磁気記録媒体が製造されている。

2

【0004】ところで、このようにして得られる金属薄膜型の磁気記録媒体におけるPETフィルム33と磁性金属36の蒸着粒子による膜（磁性膜）との間の結合力は蒸着時の付着力のみであり、この力が小さいと磁性膜が簡単に剥離してしまう。そこで、この結合力を高める為に、蒸着に先立ってPETフィルム33をイオンボンバード処理することが行われている。すなわち、イオンボンバード処理により、PETフィルム33の表面をクリーンにすると共に、表面粗さを大きくし、蒸着粒子をPETフィルム33に食い込ませるような形とすることにより、物理的結合力を高めていたのである。

【0005】しかしながら、このイオンボンバード処理を真空槽37の外で行ったならば、イオンボンバード処理されたPETフィルム33を真空槽37内に導くのに一度大気に触れてしまう。この為、表面に埃や塵が付着すると、結合力が低下する問題がある。そこで、イオンボンバード処理室と真空槽37とを連絡通路で繋いだり、イオンボンバード処理室を真空槽37内に設け、イオンボンバード処理されたPETフィルム33を大気中に晒さなくても良いようにすることが考えられるものの、イオンボンバード処理に際して用いられるガスが真空槽37内に漏れることは避けられず、この為蒸着特性が低下し、必ずしも良い結果を奏していない。

## 【0006】

【発明の開示】本発明は、前記の問題点についての検討を押し進めて行くうちに、支持体はPETフィルムのようなプラスチックで出来ていることに着目し、高エネルギー（電子線や紫外線など）を照射すれば、プラスチック製フィルム表面の分子が励起され、あるいはラジカルが生成し、ここに蒸発粒子が飛来して来れば、蒸着粒子の結合力は高くなるであろうと考えた。又、電子線や紫外線の照射は、酸素ガスなどを真空蒸着槽内に持ち込むことがないから、蒸着特性を低下せしめることがなく、よって高性能な磁性膜が得られるであろうと考えられた。

【0007】そこで、早速、図2のような蒸着装置においてPETフィルム33に電子線を照射した処、この場合にはPETフィルム33の走行性が低下し、磁性膜が綺麗に成膜されなかった。ところが、紫外線を照射した場合には、PETフィルムの走行性に問題はなく、磁性膜が綺麗に成膜され、かつ、PETフィルムは紫外線照射を受けて表面が活性化しており、この活性状態のPETフィルムに蒸着した磁性粒子の付着強度は高く、磁性膜の剥離強度は大きなものであった。

【0008】このような知見を基にして本発明が達成されたものであり、本発明の目的は、金属膜の密着強度が高く、かつ、金属膜が綺麗に成膜され、しかも簡単に実施できる技術を提供することである。この本発明の目的は、樹脂製の支持体上に金属膜を成膜する方法であって、前記支持体に紫外線を照射する紫外線照射工程と、

この紫外線照射工程により紫外線照射を受けた支持体上に金属粒子を堆積させる金属膜成膜工程とを具備することを特徴とする金属膜の成膜方法によって達成される。

【0009】又、樹脂製の支持体上に金属膜を成膜する方法であって、前記支持体に紫外線を照射する紫外線照射工程と、この紫外線照射工程により紫外線照射を受けた支持体上に金属粒子を堆積させる金属膜成膜工程とを具備し、前記紫外線照射工程は真空雰囲気下で行われ、この真空雰囲気下において金属膜成膜工程も行われることを特徴とする金属膜の成膜方法によって達成される。

【0010】又、樹脂製の支持体上に金属膜を成膜する装置であって、前記支持体に紫外線を照射する紫外線照射手段と、この紫外線照射手段により紫外線照射を受けた支持体上に金属粒子を堆積させる金属膜成膜手段とを具備することを特徴とする金属膜の成膜装置によって達成される。又、走行する支持体上に金属膜を成膜する装置であって、真空槽と、成膜源となる金属材料と、この金属材料を飛散させる飛散手段と、この飛散手段で飛散した金属粒子が堆積する樹脂製の支持体と、この支持体の供給手段と、支持体の巻取手段と、前記飛散した金属粒子が堆積する支持体の走行をガイドする冷却キャンロールと、この冷却キャンロールと前記供給手段との間であって、冷却キャンロールに添接されない側の支持体面を紫外線照射する紫外線照射手段とを具備してなることを特徴とする金属膜の成膜装置によって達成される。

【0011】本発明が磁気記録媒体に適用される場合には、支持体（好ましくは非磁性の支持体）としては、例えばポリエチレنتレフタレート等のポリエステル、ポリアミド、ポリイミド、ポリスルホン、ポリカーボネート、ポリプロピレン等のオレフィン系の樹脂、セルロース系の樹脂、塩化ビニル系の樹脂などの高分子材料が用いられる。尚、支持体面上には、必要に応じて密着性を向上させる為のアンダーコート層が設けられている。すなわち、表面の粗さを適度に粗すことにより、例えば斜め蒸着法により構成される薄膜の密着性を向上させ、さらに磁気記録媒体表面の表面粗さを適度なものとして走行性を改善する為、例えば $\text{SiO}_2$ 等の粒子を含有させた厚さが $0.005 \sim 0.1 \mu\text{m}$ のバインダ樹脂塗膜を設けることによってアンダーコート層が構成されている。

【0012】上記のような支持体の一面（表面）に金属磁性膜が設けられる。尚、当然のことではあるが、本発明においては金属磁性膜が設けられる前に紫外線照射がなされる。金属磁性膜の材料としては、例えばFe、Co、Ni等の金属の他に、Co-Ni合金、Co-Pt合金、Co-Ni-Pt合金、Fe-Co合金、Fe-Ni合金、Fe-Co-Ni合金、Fe-Co-B合金、Co-Ni-Fe-B合金、Co-Cr合金、あるいはこれらにAl等の金属を含有させたもの等が用いられる。尚、金属磁性膜の厚さは、例えば $1000 \sim 20$

$00 \text{ \AA}$ 程度であることが好ましい。

【0013】支持体の反対側の面（裏面）にバックコート膜が設けられる。バックコート膜が金属膜で構成される場合には、金属膜（バックコート膜）が設けられる前に紫外線照射がなされる。バックコート膜の材料としては、例えばCu-Al-X（但し、XはMn、Fe、Niの群の中から選ばれる一つ、若しくは二つ以上）系合金やAl-Si系合金を用いることが出来る。尚、Cu-Al-X系合金を用いる場合には、Al含有量は $5 \sim 30 \text{ at\%}$ であり、X含有量が $5 \text{ at\%}$ 以下であることが好ましい。特に、好ましくはCu含有量は $70 \sim 90 \text{ at\%}$ 、Al含有量は $8 \sim 25 \text{ at\%}$ 、Mn含有量が $0.5 \sim 4 \text{ at\%}$ で、Fe含有量が $0.4 \sim 5 \text{ at\%}$ で、Ni含有量が $0.4 \sim 4 \text{ at\%}$ であり、Mn、Fe、Niの総含有量が $1 \sim 6 \text{ at\%}$ であることが好ましい。Al-Si系合金を用いる場合には、Al含有量は $15 \sim 70 \text{ at\%}$ 、Si含有量は $15 \sim 70 \text{ at\%}$ であることが好ましい。

【0014】上記金属磁性膜やバックコート膜は、蒸着法、直流スパッタ法、交流スパッタ法、高周波スパッタ法、直流マグネトロンスパッタ法、高周波マグネトロンスパッタ法、イオンビームスパッタ法などの各種の乾式メッキ手段を採用できる。従って、本発明の装置は、これらの乾式メッキ装置に紫外線照射手段を内蔵させることによって構成される。

【0015】尚、これらの膜の形成時に酸化性ガスを供給し、表層部分を酸化させ、酸化膜による保護膜が形成されるようにすることが好ましいものである。本発明で用いられる紫外線としては、波長が $50 \text{ nm} \sim 350 \text{ nm}$ のものが用いられる。そして、このような波長の紫外線を照射するランプが成膜の行われる真空槽（蒸着装置などの乾式メッキ装置）内に配設されており、成膜がなされる前段階の位置において紫外線照射がなされる。そして、この後、引き続いて磁性膜などの成膜が行われる。

【0016】尚、上記においては、磁気記録媒体に適用される場合で述べたが、これは金属薄膜型のインクリボン等にも適用できるものである。以下、具体的な実施例を挙げて本発明を説明する。

40 【0017】

【実施例】

〔実施例1〕図1は、本発明になる磁気記録媒体の製造装置の概略図である。同図中、1はPETフィルムからなる支持体、2aは支持体1の供給側ロール、2bは支持体1の巻取側ロール、3は冷却キャンロール、4は遮蔽板、5はルツボ、6はCo系磁性金属、7は電子銃、8は真空槽、9は酸素ガス供給ノズルである。

【0018】10は、供給側ロール2aと冷却キャンロール3との間の支持体1走行経路に沿って真空槽8内に設けられた紫外線照射ランプである。尚、本実施例にお

いては、従来設けられていたイオンボンバード装置はない。上記のように構成させた装置において、真空槽8内を $10^{-4} \sim 10^{-6}$  Torr程度、例えば $2 \times 10^{-5}$  Torrの真空度に排気した後、電子銃(16 kW)7による電子ビーム加熱によりルツボ5内の磁性金属6を蒸発させ、この蒸発が定常状態に到達した後、紫外線照射ランプ(出力300 W、波長50~350 nm)10のスイッチをオンにすると共に、支持体1を5 m/minで走行させる。これにより、紫外線照射を受けた支持体1面上に、例えば1600 Å厚さ磁性金属(Co)6が蒸着し、磁性薄膜が構成される。

【0019】この磁性薄膜の形成に際しては、ノズル9のノズル口からO<sub>2</sub>ガスが180 sccmの割合で供給され、支持体1上に蒸着形成される磁性薄膜の表層部分が強制酸化させられる。このようにして磁性薄膜が形成され、巻取側ロール2bに巻き取られた後、巻取側ロール2bを取り出し、そして平均粒径20 nmのカーボンブラック及び塩化ビニル系樹脂とウレタンプレポリマーとからなるバインダ樹脂を分散させてなるバックコート用の塗料をダイレクトグラビア法により磁性層とは反対側の支持体1面に塗布し、乾燥厚さが0.5 μmのバックコート層を設ける。

【0020】そして、フッ素パーフルオロポリエーテル(グレード:FOMBLIN ZDIAC カルボキシ基変性、日本モンテジソン社製)をフッ素不活性液体(フロリナート、FC-84、住友スリーエム社製)に0.1%となるよう希釈・分散させた塗料をダイ塗工方式により乾燥後の厚さが20 Å程度となるよう磁性面に塗布し、70℃で乾燥させる。

【0021】この後、所定の幅にスリットした。

〔実施例2〕実施例1においては、出力300 Wの紫外線照射ランプが2個であったが、これを3個に増やした他は同様に行った。

〔実施例3〕実施例1においては、出力300 Wの紫外線照射ランプが2個であったが、出力500 Wの紫外線照射ランプが3個とした他は同様に行った。

【0022】〔比較例1〕実施例1において、紫外線照

射ランプ10のスイッチをオフにし、紫外線照射しなかった他は同様に行った。

〔比較例2〕実施例1において、紫外線照射の代わりにイオンボンバード処理した他は同様に行った。

【0023】〔特性〕上記の各例で得た磁気テープについて、磁性膜の剥離強度を調べたので、その結果を表-1に示す。

表-1  
剥離強度 (g/cm)

実施例1	860
実施例2	910
実施例3	970
比較例1	290
比較例2	460

これによれば、紫外線照射されたフィルム上に蒸着形成された膜の密着強度は高いことが判る。特に、イオンボンバード処理による場合よりも密着強度が高く、かつ、実施も簡単であり、製造コストも低廉であることは注目される。

【0024】

【効果】本発明によれば、密着強度に富む金属膜が簡単、かつ、低廉なコストで得られる。

【図面の簡単な説明】

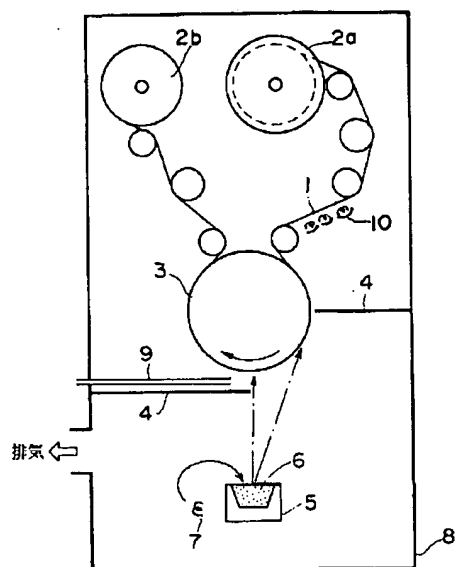
【図1】本発明になる磁気記録媒体の製造装置の概略説明図

【図2】従来の磁気記録媒体の製造装置の概略説明図

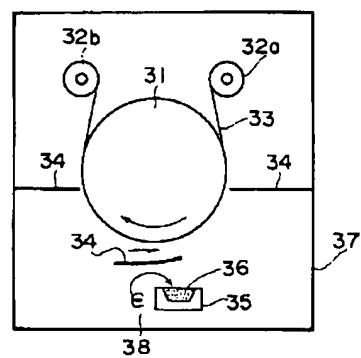
【符号の説明】

- 1 支持体
- 2 a 供給側ロール
- 2 b 巻取側ロール
- 3 冷却キャンロール
- 4 遮蔽板
- 5 ルツボ
- 6 磁性金属
- 8 真空槽
- 10 紫外線照射ランプ

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 若林 繁美

栃木県芳賀郡市貝町大字赤羽2606 花王株  
式会社情報科学研究所内

(72)発明者 志賀 章

栃木県芳賀郡市貝町大字赤羽2606 花王株  
式会社情報科学研究所内